

W1410

ELEMENT MAPPING DEVICE, SCANNING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE, AND ELEMENT MAPPING METHOD

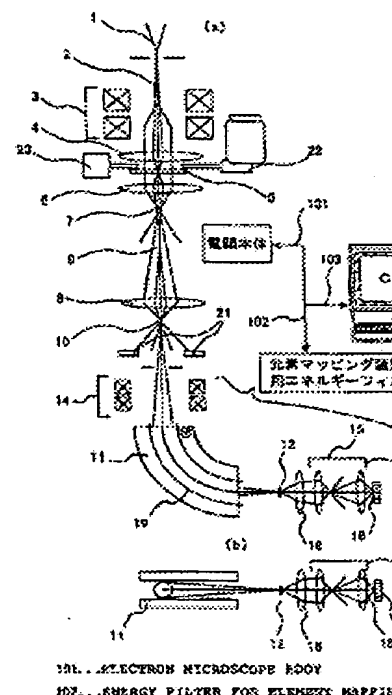
Patent number: WO0041206
Publication date: 2000-07-13
Inventor: ISAKOZAWA SHIGETO (JP); KIMOTO KOJI (JP); TAYA SHUNROKU (JP); UEDA KAZUHIRO (JP); AOYAMA TAKASHI (JP); KAJI KAZUTOSHI (JP)
Applicant: ISAKOZAWA SHIGETO (JP); HITACHI LTD (JP); KIMOTO KOJI (JP); TAYA SHUNROKU (JP); UEDA KAZUHIRO (JP); AOYAMA TAKASHI (JP); KAJI KAZUTOSHI (JP)
Classification:
 - international: H01J37/256; H01J37/22; H01J37/244; H01J37/28; H01J49/44; G01N23/225
 - european: H01J37/256
Application number: WO1999JP06418 19991117
Priority number(s): JP19990000198 19990104

Also published
 i JP20001

Cited document
 JP11067
 US44802
 JP63100
 JP63100
 JP10213
 more >>

Abstract of WO0041206

An element mapping device for easily forming an element mapping image. An electron beam transmitted through an analysis object (5) placed in a scanning transmission electron microscope strikes an element mapping device. The electron energy loss spectrum of the electron beam is produced by an electron spectroscopy (11). Acceleration voltage data about elements and window information used by the two-window method is stored in a database (24). Even if the element to be analyzed is changed, the two-dimensional element distribution image can be readily ascertained. The electron beam entering the spectroscopy passes through an object point (10), and hence the aberration is small and the energy stability is excellent. Therefore, the drift of the energy loss spectrum is small and thereby an element distribution of high accuracy can be obtained.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

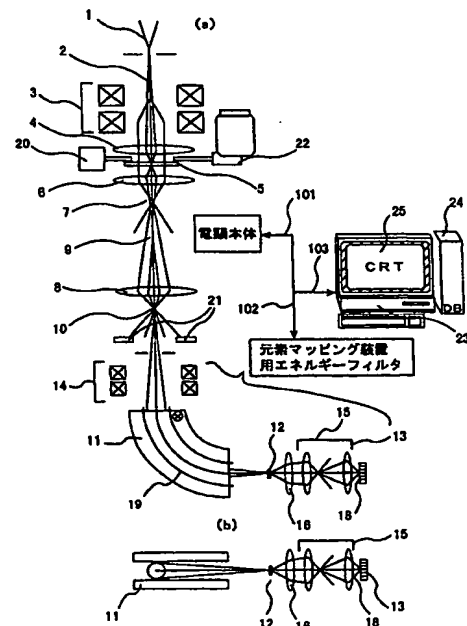
(51) 国際特許分類7 H01J 37/256, 37/22, 37/244, 37/28, 49/44, G01N 23/225		A1	(11) 国際公開番号 WO00/41206
			(43) 国際公開日 2000年7月13日(13.07.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06418		(74) 代理人 弁理士 作田康夫(SAKUTA, Yasuo) 〒100-8220 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 株式会社 日立製作所内 Tokyo, (JP)	
(22) 国際出願日 1999年11月17日(17.11.99)			
(30) 優先権データ 特願平11/98 1999年1月4日(04.01.99)		JP	(81) 指定国 JP, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 日立製作所(HITACHI, LTD.)(JP/JP) 〒101-8010 東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地 Tokyo, (JP) (72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 鍛示和利(KAJI, Kazutoshi)(JP/JP) 上田和浩(UEDA, Kazuhiro)(JP/JP) 木本浩司(KIMOTO, Koji)(JP/JP) 青山 隆(AOYAMA, Takashi)(JP/JP) 〒319-1292 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社 日立製作所 日立研究所内 Ibaraki, (JP) 田谷俊隆(TAYA, Shunroku)(JP/JP) 砂子沢成人(SAKOZAWA, Shigeto)(JP/JP) 〒312-0033 茨城県ひたちなか市市毛882番地 株式会社 日立製作所 計測器グループ内 Ibaraki, (JP)		添付公開書類 国際調査報告書	

(54)Title: ELEMENT MAPPING DEVICE, SCANNING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE, AND ELEMENT MAPPING METHOD

(54)発明の名称 元素マッピング装置、走査透過型電子顕微鏡および元素マッピング方法

(57) Abstract

An element mapping device for easily forming an element mapping image. An electron beam transmitted through an analysis object (5) placed in a scanning transmission electron microscope strikes an element mapping device. The electron energy loss spectrum of the electron beam is produced by an electron spectroscopy (11). Acceleration voltage data about elements and window information used by the two-window method is stored in a database (24). Even if the element to be analyzed is changed, the two-dimensional element distribution image can be readily ascertained. The electron beam entering the spectroscopy passes through an object point (10), and hence the aberration is small and the energy stability is excellent. Therefore, the drift of the energy loss spectrum is small and thereby an element distribution of high accuracy can be obtained.



101...ELECTRON MICROSCOPE BODY
102...ENERGY FILTER FOR ELEMENT MAPPING DEVICE

(57)要約

元素マッピング像が簡便に得られる元素マッピング装置を提供する。走査透過型電子顕微鏡装置で分析対象物（５）を透過した電子線は元素マッピング装置に入射する。透過電子線は電子分光装置（１１）でエネルギー分光され、電子エネルギー損失スペクトルが得られる。各元素の加速電圧データや２ウインドウ法等に用いるウインドウ情報が予めデータベース（２４）に用意されており、分析対象の元素が変更されても２次元元素分布像がすぐに確かめられる。また、分光装置への入射電子線はすべて物点（１０）を通るので、収差歪みを小さくでき、エネルギー安定性がよい。よって、エネルギー損失スペクトルのドリフトが小さくなり、精度のよい元素分布を得ることができる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサオ			TT	トリニダード・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	ML	マリ	TZ	タンザニア
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MR	モリタニア	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	US	米国
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IN	インド	MZ	モザンビーク	VN	ヴェトナム
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノルウェー	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド		
CZ	チェコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

明 細 書

元素マッピング装置、走査透過型電子
顕微鏡および元素マッピング方法

技術分野

本発明は、元素マッピング装置および、走査透過型電子顕微鏡および元素マッピング方法に関する。

背景技術

半導体デバイスや磁気ヘッド素子の微細化、小型化により、素子はサブミクロン程度の領域に数NM（ナノメートル）の薄膜を積層した構造となっている。このような微小領域の構造、元素分布、結晶構造は、半導体素子や磁気ヘッド素子の特性を大きく左右するようになっているため、微小領域を分析することは重要である。

微小領域の観察方法としては、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope : SEM)、透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope : TEM)、走査透過型電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope : STEM)がある。ナノメートルレベルの空間分解能を有しているのはTEMとSTEMである。TEMは試料にほぼ平行に電子線を照射し、透過した電子線をレンズなどで拡大する装置である。一方STEMは微小領域に電子線を収束し、電子線を試料上で2次元に走査しながら、透過した電子線の強度を測定し、2次元画像を取得する装置である。

TEMおよびSTEMで検出する透過電子の強度は、電子が透過した部分の平均原子番号と相関がある。このため原子番号が近い、クロム

(Cr), マンガン (Mn), 鉄 (Fe), コバルト (Co), ニッケル (Ni), 銅 (Cu) の薄膜や、平均原子番号が近いシリコン酸化膜とシリコン窒化膜などは識別することができない。

金属膜の場合、蛍光 X 線分析を用いて 2 次元像を取得することで、Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu の識別は可能であるが、検出できる蛍光 X 線強度が弱いため 2 次元像を得るには長い測定時間が必要となる。蛍光 X 線分析は軽元素分析に適していないため、シリコン酸化膜とシリコン窒化膜などの識別は困難である。

これら問題を解決する分析方法として電子分光器により透過電子をエネルギー分析する電子エネルギー損失分光法 (Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS) がある。電子は試料を透過する際に、試料を構成する元素 (電子構造) 固有のエネルギー損失が生ずることから、元素固有のエネルギー損失した電子で 2 次元像をつくることにより、TEM / STEM 像では識別することができなかったシリコンの酸化膜や窒化膜を識別することができる。これらは STEM と平行検出型の電子エネルギー損失分光器 (Electron Energy Loss Spectrometer: EELS) を組み合わせた方法により、広く用いられている。

EELS は扇型の磁場セクターを電子分光器とし、その前後に 4 重極電磁レンズと 6 重極電磁レンズを配置し、最下流に平行検出器を持つ構造としている。4 重極電磁レンズは EELS スペクトルのフォーカスの調整と、EELS スペクトルの拡大に用いる。6 重極電磁レンズは検出器に投影される EELS スペクトルの収差を低減するために用いる。4 重極電磁レンズで拡大した EELS スペクトルを平行検出器に投影し、広い範囲の電子エネルギー損失スペクトルを測定する。

EELS の構造に関する先行技術としては、例えば、米国特許第

4,743,756 号, 特開平7-21966号公報, 特開平7-21967号公報, 特開平7-29544号公報等がある。特開昭57-80649 号公報は電子線エネルギー分析装置を記載する。

発明の開示

従来のEELSとSTEMを組み合わせた分析装置では、ユーザーが(1)測定場所の指定→(2)元素の指定→(3)電子線のエネルギー強度分布を電子線検出部で測定し→(4)検出部のバックグラウンド補正とゲインを補正し→(5)バックグラウンド領域の指定→(6)パワーローモデル($I = A E^{-r}$)等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→(7)シグナル強度の積分領域の指定→(8)測定場所での指定元素のシグナル強度を前記画像表示装置に表示する→(1)の繰り返し操作を全ての測定点で行う必要があり、2次元像を得るには多大な時間が必要となり実時間で元素分布像が得ることは、困難である。また、全ての測定点でEELSスペクトルを測定した後、(2)~(7)の指定をユーザーが行い、2次元像を得る方法も考えられる。この方法の場合では測定データが膨大な量になる上、実時間で元素分布像が得られない。

以上のように実時間で元素分布像が得られない場合、更に次のような課題がある。

(A)例えば、シリコンの酸化膜と窒化膜の界面の分析を行うような場合に、TEM/STEM像で視野確認を行うため、分析領域(酸化膜と窒化膜の界面)が識別できない。このためEELSスペクトルを測定し、解析で元素分布像を得るまで、分析領域に計測したい領域が含まれているか判定ができない。

(B)例えば、分析領域の2次元像を得るには、EELSスペクトル

の測定と各測定点で前述した(1)～(8)の操作が必要となり、測定と解析に多くの時間が必要なので、数多くの試料を測定する検査のような作業には向かない。

以上の課題を解決するためには実時間で元素分布像を得ることが不可欠である。

更に、従来のEELSとSTEMを組み合わせた分析装置では、広い範囲のEELSスペクトルから、詳細なEELSスペクトルまでを測定できるように、4重極の電磁レンズを用いてスペクトルの倍率を可変にしている。

EELSとSTEMを組み合わせた分析装置で元素分布像を取得する場合、電磁レンズや電子分光器の電源の安定性は 5×10^{-6} 程度である。ここで、STEMの加速電圧は100 kV～200 kVであることから、EELSスペクトルの安定性は0.5～1 eVとなる。EELSにおいて元素分布像を得る場合、0.2～0.4 eV/チャンネルで測定するため、測定中にEELSスペクトルが数チャンネル分だけ、ドリフトすることになる。したがって、従来のEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間でEELSスペクトルを処理しようとしても、EELSスペクトルのドリフトのため困難であるという課題がある。

また、従来のEELSは、複数の4重極電磁レンズ、6重極電磁レンズ、電子分光器などで電磁石を多数用いているため重く、複雑な構造になっている。

EELS本体以外にも電磁石の電源、ACノイズ除去装置、冷却装置などの装置も必要となり措置構成も複雑で、高価な装置となっている。

また、従来の冷陰極電界放出型のSTEMは測定の途中で電子線源の輝度が増大するチップノイズという装置上の技術課題がある。チップノ

イズによって、測定中に2次電子強度や、Zコントラスト強度、蛍光X線強度、EELS強度が増大するため、測定領域の強度の増大が、チップノイズの影響のためなのか、シグナル強度が増大したためか区別がつかないといった課題がある。

以上のようにEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得することは困難である。

本発明の目的は、EELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得可能な装置および方法を提供することにある。

また、本発明の他の目的は、EELS及び／またはSTEMに関する分析装置の操作性を向上することにある。

また、本発明の他の目的は、EELSスペクトルのエネルギー安定性の高い装置を提供することにある。

また、本発明の他の目的は、これと走査透過型電子顕微鏡を組み合わせ、EELSスペクトルを測定すると同時に元素分布像や、チップノイズの影響の少ない電子顕微鏡像が得られる元素マッピング装置用エネルギーフィルタおよび、これを備えた軽量な透過型電子顕微鏡を提供することにある。

また、従来の元素マッピング装置では、単一元素の分布像を得ることができたが、複数元素について分布をもとめて、各元素の位置関係をナノメートル以下の分解能で観察することは困難であった。

本発明の他の目的は、複数元素の分布像を簡便に得ることができる元素マッピング装置を提供することにある。

本発明の特徴は、電子線を発生させる電子線源と、電子線を走査する走査部と、試料に電子線を収束させる対物レンズと、電子線のエネルギー分光する電子分光部と、電子分光部により分光された電子線の一部ま

たは全部を検出する電子線検出部を備えた走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、電子線を走査部を用いて走査すると同時に又は並行して、演算装置の計算結果を画像表示装置に表示することを特徴とする。

また、本発明の特徴は、ユーザー（操作者）が、（１）測定場所の指定→（２）元素の指定→（３）電子線のエネルギー強度分布を電子線検出部で測定し→（４）検出部のバックグラウンド補正とゲインを補正し→（５）バックグラウンド領域の指定→（６）パワーローモデル（ $I = A E^{-r}$ ）等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→（７）シグナル強度の積分領域の指定→（８）測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→（１）を繰り返すという作業を、測定場所、測定元素毎に行い元素分布像を得ていた操作を、ユーザー（操作者）が、（１）測定領域の指定→（２）元素の指定を行うことで、他の処理を装置側で実行することにある。これにより、指定元素の元素分布像を実時間で得られることを特徴とする。更に、これにより、操作性の向上・測定時間の短縮が可能となる。

本発明の他の特徴は、電子線を発生させる電子線源と、電子線を走査する走査部と、試料に電子線を収束させる対物レンズと、電子線のエネルギー分光する電子分光部と、電子分光部により分光された電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた、走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、演算装置の計算結果を画像表示装置を備え、電子線分光部により形成された電子線エネルギー損失スペクトル（EELSスペクトル）と検出部の間に、少なくとも１つ以上の永久磁石によるレ

レンズを備えたことを特徴とする。また、本発明の特徴は、電子分光部が永久磁石で構成されていることである。

永久磁石を用いた磁石レンズの磁場安定性は 1×10^{-8} 程度と電磁石を用いたレンズの磁場安定性 (5×10^{-6}) と比較して 2 桁以上安定している。永久磁石を電子分光部、及びレンズとして用いることにより、EELS スペクトルのドリフトを元素分布像測定条件で 0.1 チャンネル以下に低減可能となる。

これにより、走査透過型電子顕微鏡は元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、電子線検出部が 2 チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をコアロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前と直後の電子線強度を電子線検出部で少なくとも各 1 チャンネルを用いて測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、コアロスエネルギー直後の電子線強度をコアロスエネルギー直前の電子線強度で除算し、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にすることが可能となる。

また、本発明の特徴は、走査透過型電子顕微鏡は元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、電子線検出部が 3 チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をコアロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前の電子線強度を電子線検出部の少なくとも 2 チャンネルを用いて測定し、コアロスエネルギー直後の電子線強度を電子線検出部の少なくとも 1 チャンネルを用いて測定する

ことである。演算装置は電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、コアロスエネルギー直前の電子線強度分布から、パワーローモデル ($I = A E^{-r}$) 等に基づいて、コアロスエネルギー直後の電子線強度のバックグラウンドを演算し、コアロスエネルギー直後の電子線強度の演算を自動的にを行い、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にするコアロス元素マッピングが可能となる。

さらに、走査透過型電子顕微鏡は各元素に特徴的なプラズモンロスエネルギーのデータベースを有し、指定した元素のプラズモンロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をプラズモンロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部で測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にすることも可能となる。

また、電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、2つ以上の元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部のそれぞれのチャンネルで測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、電子線検出部の各チャンネルの演算結果を実時間で画像表示装置に、指定した色の濃淡で表示することで、特定の元素に関係したコントラストを強調する、コントラストチューニング像を表示することも可能となる。

また、電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、電子分光部と電子線検出部をゼロロス電子線とプラズモンロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に(例えば、装置側が、処理プログラムに基づいて処理することを言う。)に調整し、走査部で電子線を走査

すると同時に、電子線検出部の少なくとも1チャンネルを用いてゼロロス電子線の強度を測定し、プラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部少なくとも1チャンネルとは異なる少なくとも1チャンネルで測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、ゼロロス電子線強度でプラズモンロスエネルギーの電子線強度を除算した演算結果を実時間で画像表示装置にすることにより、試料の膜厚マッピングも可能となる。

(バックグラウンド補正)

ここで、電子線検出部固有のバックグラウンド、ゲイン補正について、次に説明する。電子線検出器は電子線が検出器に入らない状態でも検出器自身の電子の熱振動などによるバックグラウンドがある。また複数個のチャンネルで構成される検出器は個々のチャンネルにより感度（ゲイン）が異なる。この2つを補正するのが電子線検出部固有のバックグラウンド、ゲイン補正である。方法は以下の通りである。まず、バックグラウンド補正は、電子線が検出器に入らないようにした状態で、電子線検出器で測定される強度をバックグラウンドとして演算装置の記録装置に保存する。元素分布像測定時に得られた電子線強度と先に保存したバックグラウンド強度の差分を電子線強度とする補正である。

(ゲイン補正)

ゲイン補正は、ゼロロスを測定しながら、ドリフトチューブに交流を重ねし、検出器全体に均一の電子線強度が入る様にする。電子線検出器で電子線強度を測定する。検出した全電子線強度をチャンネル数で除算し、1チャンネル当たりの平均電子線量を求める。平均電子線強度を各チャンネルで測定された電子線強度で除算し得られた係数を各チャンネルのゲイン補正值として演算装置の記録装置に保存する。元素分布像測

定時に各チャンネルで得られた電子線強度に、先に保存した各チャンネルのゲイン補正値を積算し、得られた強度を電子線強度とする補正である。

また、走査透過型電子顕微鏡は2次電子検出部、またはZコントラスト検出部、または蛍光X線検出部を備え、電子分光部と電子線検出部を用いてゼロロス電子線の強度と、2次電子強度または、Zコントラスト電子線強度、または蛍光X線強度を同時に測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、2次電子強度、またはZコントラスト電子線強度、または蛍光X線強度をゼロロス電子線強度で除算することで、チップノイズを除去した2次伝電子像、Zコントラスト像、または蛍光X線像を実時間で画像表示装置にすることが可能となる。

(Zコントラスト強度)

ここで、Zコントラスト強度について説明する。数百keVに加速した電子線を原子レベルの太さに収束して試料に入射すると、電子線は試料を構成する原子により様々な方向に散乱される。その角度と強度は原子番号に依存する原子散乱能によって決まるので、母材原子中に異原子が存在すると、その原子列からの散乱強度が他の原子列からのそれらと異なってくる。従って、試料上における電子線の走査と同期させて各位置における散乱電子線強度を測定すれば、原子種に依存したコントラストを有する2次元像が得られる。コントラストはおおよそ原子番号の2/3乗に比例する。また、電子顕微鏡では50mrad以上広角に散乱された電子線強度から像を得ている。このコントラストの強度をZコントラスト強度と表現している。更に詳細については、例えば、文献：S.J.

Pennycook and D.E.Jesson: Ultramicroscopy 37(1991) 14-38にて示

される。

E E L S スペクトルのフォーカスが、電子線分光部と電子線検出部の間にあり、X 方向、Y 方向とも同じ場所でフォーカスしていることを特徴とし、E E L S スペクトルと検出部の間に拡大磁場レンズを有し、E E L S スペクトルを拡大磁場レンズで X 方向と Y 方向の倍率を等しく拡大し、電子線検出部に投影することで、拡大投影された E E L S スペクトルの収差歪を低く押さえることが可能となる。

拡大磁場レンズは拡大のための永久磁石レンズとフォーカスを EELS スペクトルの結像された領域に合わせるための電磁レンズかで構成されているため、E E L S スペクトルの倍率が固定となる。

従来は、エネルギー分散（倍率）を変える必要から、電磁石レンズを用いていた。本願発明によれば、エネルギー分散（倍率）を固定できることから、磁場安定性の高い永久磁石レンズを用いることができる。これにより、本発明は E E L S スペクトルの倍率が固定されるため、4 重極電磁レンズを用いた装置と比較して、広い範囲の E E L S スペクトルは分割して測定する処理が必要となる。しかし、永久磁石を用いることにより、レンズ光学系の調整が不要となるという効果がある。また、永久磁石の磁場安定性から E E L S スペクトルのドリフトが小さくなるため、E E L S スペクトルの自動測定や自動演算が可能となる。また永久磁石レンズは電磁レンズと比較して、安価で軽量な上、配線や電源、冷却機構が必要ないため、装置構造の簡略化、装置の小型・軽量化、低価格化が可能となる。

各部の処理・機能は、各部毎に回路装置を用いてハードウェアとして実現しても良いし、マイクロプロセッサ、パーソナルコンピュータ、ワークステーション等の演算回路装置を用いて、ソフトウェアとして実現

しても良い。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明の第1の実施例の主要部分の概略構成図である。

第2図は、元素マッピング像を得るための処理の一例を示す図である。

第3図(a)および(b)は、EELSスペクトルの2次収差の一例を示す図である。

第4図(a)および(b)は、コアロス電子のEELSスペクトルの一例を示す図である。

第5図(a)および(b)は、プラズモンロス電子のEELSスペクトルの一例を示す図である。

第6図は、本発明の第2の実施例の元素マッピング装置を示す図である。

第7図は、制御装置の一例を示す図である。

第8図は、元素マッピング像を得るための処理の一例を示す図である。

第9図は、半導体素子の2次元元素分布像の一例を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

(実施例1)

第1図は、本発明の実施例による元素マッピング装置用エネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡(本書では、電顕とも称す。)の主要部分の概略構成図である。第1図(a)は正面図、第1図(b)は第1図(a)を電子線源1の方向から見た図(上面図)である。本図では、電子線源1からZコントラスト検出器21までを、電顕本体として記載している。電顕本体には、図示しないが、電顕として機能するため

の電子線の走査を制御するための構成等を含んでいる。また、6重極電磁レンズ14から電子線検出器13までの部分を元素マッピング装置用エネルギーフィルタとして記載している。演算装置23への信号と演算装置23からの信号は、信号線103を経由して伝送される。演算装置23には、図示したキーボードなどの入力装置及びデータベース24、画像表示装置25が接続される。元素マッピング装置とは、演算装置23、信号線103、入力装置及びデータベース24、画像表示装置25を含む構成を言うが、これらに元素マッピング装置用エネルギーフィルタを含んだ構成を言う場合もある。

電子線源1は、例えば、冷陰極電界放出型の電子線源を用いることができる。電子線源1で発生した電子線2は、電子線走査コイル3で偏向される。偏向された電子線2は、対物レンズ上部磁場4により試料5面で収束し、対物レンズ下部磁場6直後に走査物点7を形成する。この走査物点7は電子線2を電子線走査コイル3を用いて試料面上を走査しても動かない。

試料で回折した電子線は結像レンズ8前に像物点9を形成する。この像物点9は電子線2を走査すると動くが、像物点9に形成されている透過電子(TEM)像は動かない。通常のEELSはこの像物点9を結像レンズ8で物点10に結び、仮想光源としてEELSスペクトルを測定している。本実施例では走査物点7を結像レンズ8で物点10に結像して仮想光源とした。光源位置が移動すると電子分光装置11の収差条件が変化するため、EELS測定などのエネルギー安定度の高い測定には向かないためである。

この物点10を仮想光源とした電子線は、下流に設置された、扇型の電子分光装置11に入射する。電子分光装置11を構成している永久磁

石の磁場は第1図の紙面に垂直な磁場空間を形成する。電子分光装置11に入射した電子線は 90° 偏向されると共に、エネルギー分光され、エネルギー分散面12にフォーカスする。本実施例ではエネルギー分散面12は電子分光装置11と電子線検出器13の間にあり、しかもエネルギー分散(X)方向、Y方向とも同じ場所にフォーカスしている(ダブルフォーカス)。また、エネルギー分散面12上に形成されるスペクトルは電子分光装置11固有の収差をもつ(第3図参照)。

第3図は、電子線検出器13上に形成されたEELSスペクトル18の2次元像である。第3図(a)は中心にきた電子線とその電子線より $\pm 100\text{ eV}$ のエネルギーの電子線の検出器上にどのような形状で投影されるかを示している。第3図(b)は損失エネルギー 0 eV 、 100 eV 、 200 eV の電子線が検出器上にどのように投影されるかを示している。第3図に見られる広がり(Yフォーカスと装置の2次収差の影響で形成された2次収差像26である。この収差は電子分光装置11より上流に配置した6重極電磁レンズ14を用いて補正する。

本実施例では、エネルギー分散面12上に形成されるスペクトルは電子分光装置11の電子線の回転半径が 100 mm の場合、 $1\text{ eV}/\mu\text{m}$ 程度になる。これを拡大磁場レンズ15で100倍に拡大する。このとき拡大磁場レンズ15のフォーカス位置をエネルギー分散面12と一致させるためにフォーカス調整用電磁レンズ16の磁場を調整する。これにより、電子線検出器13上に投影されるEELSスペクトル18は $0.01\text{ eV}/\mu\text{m}$ となる。 $25\mu\text{m}/\text{チャンネル}$ のマルチチャンネルプレートアレイを電子線検出器13として用いれば $0.25\text{ eV}/\text{チャンネル}$ となる。検出器は1024チャンネルで構成されているので、フルレンジで 250 eV 程度となる。

本実施例の6重極電磁レンズ14, 電子分光装置11と拡大磁場レンズ15, フォーカス調整用電磁レンズ16, 電子線検出器13からなる部分を元素マッピング装置用エネルギーフィルタと呼ぶ。元素マッピング装置用エネルギーフィルタは、ゼロロス電子線が電子線検出器13中央に来るように構成する。コアロス電子線のように250 eV以上ロスしたコアロス電子線の強度は、電子分光装置11内部に設置した加速管19でコアロス電子線を加速して測定する。500 eVロスしたコアロス電子線の強度を測定する場合、加速管に500 Vを印加しコアロス電子を加速する。これにより、測定したいコアロス電子線を検出器13中央に持ってくることができる。

前述の元素マッピング装置エネルギーフィルタは、拡大磁場レンズ15に永久磁石を用いた構造のため、電磁石の配線, 電磁レンズの冷却機構などが不要となり、構造が簡略化でき、装置重量も軽量化できる。また、電磁石を用いた部分が、2収差除去用の6重極電磁レンズ14と拡大レンズのフォーカス用の電磁レンズ16のため、電源安定性の影響が少ない。

元素マッピングを実時間で行う場合に必要な条件は、エネルギー損失ピークが見えることと、測定中同じエネルギーロスした電子線は電子線検出器の同じ場所にフォーカスすることである。本実施例では、6重極電磁レンズ14の条件が変化しても測定にはほとんど影響を与えない。また拡大レンズのフォーカス調整用電磁レンズ16の磁場が $\pm 5 \times 10^{-6}$ 程度変化しても、フォーカス位置の変動が1 μ m程度、倍率が $\pm 5 \times 10^{-4}$ 程度変化する程度なので、測定には影響を与えない。

これまで述べた実施例は永久磁石を用いた元素マッピング装置用エネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡の例である。次に、本実

施例を用いた実時間元素マッピング方法の実施例を述べる。

第2図を用いて、元素マッピング像を得るための処理の一例を示す。

従来、ユーザーが(1)分析元素を選択→(2)電子線ロスエネルギーを調べる→(3)PEELS装置のドリフトチューブの電圧調整→(4)スペクトル確認→(5)分析領域の指定→(6)電子線損失エネルギー強度分布測定→(7)検出手段のバックグラウンド補正, ゲイン補正→(8)バックグラウンド領域の指定→(9)パワーローモデル($I = A E^{-r}$)等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→(10)シグナル強度の積分領域の指定→(11)測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→(1)、の処理を繰り返して、測定場所, 測定元素毎に行い元素分布像を得ていた。

本発明の実施例では、操作者は(1)元素の指定する処理201→(4)スペクトル確認処理204→(5)測定領域の指定する処理である分析領域の指定処理205に関与すれば良く、その他の処理は、(2)電子線ロスエネルギーを調べる→(3)PEELS装置のドリフトチューブの電圧調整→(6)電子線損失エネルギー強度分布測定→(7)検出手段のバックグラウンド補正, ゲイン補正→(8)バックグラウンド領域の指定→(9)パワーローモデル($I = A E^{-r}$)等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→(10)シグナル強度の積分領域の指定→(11)測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→(1)、の処理を演算装置23の制御下で、電子顕微鏡本体と元素マッピング装置用エネルギーフィルタを制御して、測定処理を、測定場所及び/または測定元素毎に繰り返して実行するので、指定元素の元素分布像を実時間で得られる。

言い換えれば、第2図で一例を示すように、(1)分析元素を選択す

る処理である分析元素を指定する処理201, (2) 電子線ロスエネルギーを調べる処理であるEELSテーブルを調べる処理202, (3) ドリフトチューブの電圧調整を行う処理であるドリフトチューブの電圧調整処理203, (4) スペクトル確認する処理であるスペクトル確認処理204, (5) 分析領域の指定する処理である分析領域の指定処理205が行われる。

更に、(6) 電子線損失エネルギー強度分布を測定するための測定処理206は、次の処理207乃至処理210を繰り返して実行される。まず、スペクトルを取得する処理であるスペクトル取得処理207, スペクトル取得処理206には、電子線検出器13のバックグラウンド補正, ゲインを補正する処理を含んでも良い。(8) バックグラウンド補正208では、バックグラウンド領域の指定とバックグラウンドフィッティング関数を指定する処理を行う。

強度の差分を計算する処理209では、シグナル強度の積分領域の指定を行う。測定ポイントが全て測定されたか否かで測定完了を判定する測定完了判定処理210が行われ、完了していない場合(図中のNO)は、処理207へ戻る。完了している場合(図中のYES)は、測定処理206の結果に基づいて、(11) 指定された測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する元素マッピング像表示処理211を行う。

従来のEELSにおいて、EELSスペクトルのエネルギー安定性が $\pm 5 \times 10^{-8}$ 程度であったため、測定中にエネルギー損失ピークの位置が電子線検出器13としての $25 \mu\text{m}$ /チャンネルのマルチチャンネルプレートアレイ上で数チャンネルドリフトする。前述の本実施例を用いれば、EELSスペクトルのエネルギー安定性が $\pm 1 \times 10^{-8}$ 程度とな

るため、測定中のエネルギー損失ピークのドリフトが電子線検出器 1 3 の 1 チャンネル以内に押さえることが可能となる。

第 4 図に、コアロス電子の E E L S スペクトルの形状を示す。コアロス電子とは、電子線が原子の内殻電子を励起することで、元素固有のエネルギーを失った電子のことである。

(2 ウィンドウ法)

第 4 図 (a) に示すように、コアロスピーク 2 7 の直前 (プレウィンドウ 2 8) と直後 (ポストウィンドウ 2 9) の範囲をそれぞれ 1 ウィンドウとしてコアロススペクトルを測定する場合 (2 ウィンドウ法) 、ウィンドウの幅と 2 ウィンドウ間のエネルギー幅を決める必要がある。本実施例は、第 1 図のデータベース 2 4 上にこれらの情報を保有することでこの測定操作の自動化を図っている。従来の E E L S では測定の度に、電子光学系が変化することによるスペクトルのエネルギー安定性の悪さが原因で、仮に同様のデータベースを持ったとしても、ユーザーがスペクトルを見てウィンドウの位置と幅を決定する必要があったため、測定の自動化が困難である。

データベース 2 4 は、各元素に対応した、コアロスエネルギー (e V) とウィンドウ幅 (チャンネル数) , ウィンドウの間隔 (チャンネル数) の条件をデータとして保持し、ユーザーが測定元素を指定することで、加速管 1 9 にコアロスエネルギーに相当する電圧を印加し、データベース 2 4 の与えるウィンドウ幅とウィンドウの間隔を電子線検出器 1 3 に当てはめる。2 ウィンドウから得られた電子線強度は演算装置 2 3 で電子線検出器 1 3 固有のバックグラウンドとゲインを補正したのち、2 ウィンドウの強度比を計算して画像表示装置 2 5 に表示する。この場合、演算装置 2 3 から制御信号 1 0 1 を信号線 1 0 3 を介して電子顕微鏡本

体部へ出力することにより、電子線走査コイル3と連動して、処理を行うことにより、実時間で元素分布像を取得する。この方法は短い演算時間でバックグラウンドの影響の無い元素分布像が得れる。

(3 ウィンドウ法)

第4図(b)を用いて3ウィンドウ法を説明する。第3図を用いて説明した2ウィンドウ法同様、データベース24は、コアロスエネルギー(eV)とウィンドウ幅(チャンネル数)、ウィンドウの間隔(チャンネル数)の条件データを保持し、ユーザーが測定元素を指定することで、加速管19にコアロスエネルギーに相当する電圧を印加する。データベース24の与えるウィンドウ幅とウィンドウの間隔とのデータを電子線検出器13に当てはめて(第4図(b)参照)、EELSスペクトルを測定し、検出器固有のバックグラウンドとゲインを補正する。コアロスより低エネルギー側の2ウィンドウ(プレ1ウィンドウ30, プレ2ウィンドウ31)の電子線強度をパワーローモデル($I = A E^{-\alpha}$)に従って演算し、コアロスより高エネルギー側の1ウィンドウのバックグラウンド32を演算する。ココアロスより高エネルギー側のポストウィンドウ29の電子線強度から演算したバックグラウンド32を引いた結果を画像表示装置25に表示する。この作業を、演算装置23からの制御信号101が信号線103を介して、電子顕微鏡本体に送られ、電子顕微鏡本体の電子線走査コイル3を制御することにより、連動して行われる。また、演算装置23からの制御信号102が信号線103を介して元素マッピング装置用のエネルギーフィルタへ送られ、光学系の制御やドリフトチューブの制御が行われる。これにより、操作者の介在を小さくできるので、実時間で元素分布像の取得が可能となる。

この方法は定量的な元素分布像が得られる利点がある。定量化には得

られたコアロス強度をゼロロス強度と、試料の膜厚で補正する必要がある。後で述べるように、本実施例はゼロロス強度の測定、試料の膜厚分布像の測定をコアロス強度測定と同時にできるため、1点に必要な計測時間を2倍程度にすることで、ゼロロス強度の測定、膜厚分布の測定を行い、これらの補正を演算装置23で行い、定量化した元素分布像を取得することが可能である。

データベース24に含まれるコアロスピーク27の情報の例としては、鉄(Fe)の場合、EL2: 721 eV, EL3: 708 eV, 2ウィンドウ法: W1: 50チャンネル, ΔW : 4チャンネル, W2: 50チャンネル, 3ウィンドウ法: W1: 25チャンネル, ΔW_{12} : 0チャンネル, W2: 25チャンネル, ΔW_{23} : 2チャンネル, W3: 50チャンネルである。ウィンドウの幅(W)と間隔(ΔW)はチャンネル数の代わりにエネルギー幅でも良い。

(コントラストチューニング)

次に第5図を用いて、コントラストチューニング像の取得方法について説明する。シリコンに関連したプラズモンロスピーク34, 窒化シリコンに関連したプラズモンロスピーク35, 酸化シリコンに関連したプラズモンロスピーク36のように、物質毎に異なったプラズモンロスエネルギーをもつ場合がある。プラズモンロスのピーク幅は狭く、2~5 eV程度なので、電子線検出器上では8~20チャンネル程度となる。各物質のプラズモンピークのエネルギー差が小さいため、従来のEELSでは含まれる物質が増減したのか、EELSスペクトルがドリフトしたのか区別がつかなかった。本実施例はEELSスペクトルのドリフトが小さいため、ピークの移動が物質の増減を原因とすることとなるので、コントラストチューニングによる物質の区別が可能となった。

シリコン、窒化シリコン、酸化シリコンのプラズモンロスピークの場合、それぞれ 17 eV 、 19 eV 、 23 eV である。データベースには、プラズモンピーク： $E_{Si} : 17\text{ eV}$ ， $W : 10$ チャンネル $E_{SiN} : 19\text{ eV}$ ， $W : 10$ チャンネル， $E_{SiO_2} : 23\text{ eV}$ ， $W : 10$ チャンネルと登録しておく。ウィンドウの幅（ W ）はチャンネル数の代わりにエネルギー幅でも良い。

本実施例では、最初にコントラストチューニング法を選択する。次に、検出元素を指定する、例えば、シリコン、窒化シリコン、酸化シリコンである。このとき、表示色も選択する（シリコンウィンドウ38からの強度は赤、窒化シリコンウィンドウ39からの強度は青、酸化シリコンウィンドウ40からの強度は緑など）。データベースからシリコン、窒化シリコン、酸化シリコンのプラズモンピークの位置を検索した後、電子分光装置11の加速管22の電圧を測定元素の中央値に設定する。次にプラズモンピーク測定のウィンドウ幅を位置に対応する検出器のチャンネル位置から測定領域のウィンドウ幅を決める。

各チャンネルで測定された電子線強度を電子線検出器13固有のバックグラウンドとゲイン補正を行った後、指定したウィンドウの範囲で積算する。得られた電子線強度を各ウィンドウのチャンネル数で割り1チャンネル当たりの平均電子線強度とする。この電子線強度を先ほど指定した色の濃淡で画像表示装置上に表示する。この作業を、電子線走査コイル3と連動して自動的に行うことで、実時間でコントラストチューニング像を取得することが可能となった。

コントラストチューニング像を得るとき、ゼロロス強度37も同時に測定し、この電子線強度で前述の平均電子線強度を除算することにより、入射電子線強度の変化を補正したコントラストチューニング像も取得可

能となる。

(膜厚マッピング)

また、プラズモンロスピーク 3 3 全体を 1 つのプラズモンウィンドウ 4 1 として、ゼロロスピーク 3 7 にゼロロスウィンドウ 4 2 を設定すると、ゼロロス強度+プラズモン強度(測定した全電子線強度)でプラズモンロスした電子線強度を割ることにより、試料の膜厚に関連した値が得られる。この作業を、電子線走査コイル 3 と連動して自動的に行うことで、実時間で膜厚マッピング像が取得可能となる。

膜厚マッピングは重要で、元素分布の定量化には欠かせない情報である。本実施例は加速管 1 9 の電圧を変えることでコアロス像と膜厚マッピング像を同時に取得できるので、定量的な元素マッピング像が演算装置 2 3 での演算で容易に得ることができる。すなわち、コアロス強度は試料の膜厚と測定領域内の元素量と電子線散乱能の積になる。電子線散乱能は元素固有の定数なので、元素量を求めるには、得られたコアロス強度を膜厚で割る必要がある。測定点毎に、コアロス強度と膜厚を測定し、演算装置 2 3 でコアロス強度を膜厚で割ることにより定量化した元素分布像を取得することが可能である。

(チップノイズ除去法)

最後に、チップノイズ除去法について説明する。STEM は電子線を走査しながら 2 次電子検出器 2 0, Z コントラスト検出器 2 1, 蛍光 X 線検出器 2 2 等を用いて 2 次元像を得るため、高い空間分解能でいろいろな情報が得られる。しかし、走査して得る 2 次元像は場所によって測定した時間が少し異なる。電子線の入射強度が時間と共に変化する、チップノイズと呼ばれる現象が起きると、測定した情報(2 次電子, 透過電子, Z コントラスト, 蛍光 X 線, EELS スペクトル)の強度も変化

するため、得られた結果がチップノイズの影響なのか、試料からの情報なのか区別できない点が問題となっている。特に電界放射型電子線源を用いたSTEMでは、チップノイズが発生しやすい。

EELSスペクトルの測定は、2次電子検出器20、Zコントラスト検出器21、蛍光X線検出器22を用いて2次電子像、Zコントラスト像、蛍光X線像を測定しながらできることに着目し、ゼロロス電子線の強度を入射電子線の強度モニターとして使用することでチップノイズを除去した。

本実施例を用いてゼロロス強度を測定する（演算装置23を用いて、電子線検出器のバックグラウンドとゲインの補正を行う）と同時に又は並行して、2次電子強度、Zコントラスト強度、蛍光X線強度を測定する。これらの情報を演算装置23を用いて、2次電子、Zコントラスト、蛍光X線の強度をゼロロス電子線強度で除算することにより、入射電子線の強度変化を除去できる。この作業を、電子線走査コイル3と連動して自動的に行うこと（即ち、電子線走査コイル3を用いて測定点に電子線を移動し、測定、演算する。次の測定点に電子線走査コイル3を用いて電子線を移動し測定、演算することを繰り返すように装置を制御すること）で、チップノイズの無い、2次電子像、Zコントラスト像、蛍光X線像が取得可能となる。

（実施例2）

本発明の第2の実施例を説明する。本実施例では、元素分布の観察の途中で、観察対象の元素を変えて複数元素の分布像を作成したり、元素分布像を観察しながら観察箇所を変えたり、または観察倍率を変えたりできる元素マッピング装置の例を説明する。

第6図に本実施例で用いるエネルギーフィルタと制御装置50を示す。

本実施例のエネルギーフィルタは第 1 の実施例のエネルギーフィルタにおけるエネルギー分散面 1 2 の位置に電子線検出器 1 3 を設け、フォーカス用調整用電磁レンズ 1 6 を電子分光装置 1 1 の上流に、拡大レンズ 1 5 を電子分光装置 1 1 の下流に設けた。

本実施例では、第 1 の実施例で説明した走査透過型電子顕微鏡 (STEM) を用いる (第 1 図を参照)。電子線検出器 1 3 には、1 0 2 4 チャンネルのマルチチャンネルプレートアレイを用いる。電子分光装置 1 1 の光軸 4 9 を通ったゼロロス電子線が、中央のチャンネル (例えば、第 501 チャンネル) に入射するように、電子線検出器 1 3 を予め配置しておく。

第 7 図に、本実施例の元素マッピング装置の制御装置 5 0 を示す。制御装置 5 0 は、S T E M を制御する S T E M 制御部 5 1, エネルギーフィルタを制御するエネルギーフィルタ制御部 5 2, 各元素のコアロスエネルギー (内殻電子損失エネルギー), 電子線強度, 補正情報などを記憶する記憶装置 5 3, 補正や電子線強度比の演算を行う演算部 5 4、および各部を制御する中央制御部 5 5 を有する。

記憶装置 5 3 には、第 1 の実施例と同様に、各元素のコアロスエネルギーに対応した加速電圧データと、プレウィンドウ 2 8 の位置情報 W 1, ポストウィンドウ 2 9 の位置情報 W 2 およびプレウィンドウ 2 8 とポストウィンドウ 2 9 との間の間隔 ΔW が予め記憶されている。プレウィンドウ 2 8 の位置情報 W 1 は、プレウィンドウ 2 8 がコアロスピーク 2 7 のより若干小さいエネルギーのスペクトルを切り取るように、ポストウィンドウ 2 9 の位置情報 W 2 は、ポストウィンドウ 2 9 がコアロスエネルギーより若干小さいエネルギーのスペクトルからコアロスピーク 2 7 とそれより大きいスペクトルまでを切り取るように、電子線検出器 1 3 のチャンネルに対応した位置および幅で、元素ごとに予め決められてい

る。本実施例の元素マッピング装置は、各元素について上述したデータを記憶装置53に記憶させておくことによって、各元素ごとに異なる装置の制御を自動的に行う。

本実施例の元素マッピング装置を用いて複数元素分布像を得る方法を以下に説明する。第8図にフローを示す。

操作者は、(1)STEMに試料をセットし、(2)STEMの光軸を調整するなど、STEMの初期調整を行い、(3)エネルギーフィルタの初期調整を行う。エネルギーフィルタの初期調整とは、ゼロロス電子線が電子分光装置11の光軸49を通るように電子分光装置11の磁場を調整すること、分光された電子線がエネルギー分散面12にフォーカスするようにフォーカス用調整用電磁レンズ16の磁場を調整すること、および、スペクトルがエネルギー分散面の所定の範囲に広がるように拡大レンズ15の磁場を調整することである。

次に、中央制御部50は、STEM制御部51およびエネルギーフィルタ制御部52を制御して、(4)バックグラウンド補正およびゲイン補正のための補正用データを取得し、記憶装置53に記憶させる。(5)操作者は、元素分布を求めたい試料上の領域を確認し、(6)入力装置56から、はじめに分布を求めたい元素を入力する。本実施例では、Feを入力した。

そして、電子線強度の測定を開始する。(7)中央制御部55は、Feの加速電圧データ708Vを記憶装置53からエネルギーフィルタ制御部52に送る。エネルギーフィルタ制御部52は加速管19にコアロスエネルギーに対応した加速電圧708Vを印加する。(8)中央制御部55は、STEM制御部51を制御して、元素分布を測定したい領域の測定点P1に電子線を移動させる。

試料を透過した電子線は電子分光装置11で分光された。分光された電子線のうち、Feのコアロスエネルギー708 eVに対応したコアロス電子線は、電子分光装置11の光軸49に沿って、電子線検出器13の第501チャンネルに入射した。

このとき、STEM制御部51には、電子線検出器13の各チャンネルに入射した電子線強度が入力された。(9) STEM制御部51は、記憶装置53から得られたウィンドウに関するデータW1(Feの場合、電子線検出器13の第431~480チャンネルに対応する第50チャンネル分)、W2(同、電子線検出器13の第485~534チャンネルに対応する50チャンネル分)および ΔW (同、電子線検出器13の4チャンネル分)に基づいて、プレウィンドウ28が切り取ったスペクトルS1とポストウィンドウ29が切り取ったスペクトルS2を出力する。スペクトルS1は、第431~480チャンネルに入射した電子線強度、すなわち704.5~707 eVの範囲のスペクトルで、スペクトルS2は、第485~534チャンネルに入射した電子線強度、すなわち704~714.5 eVのコアロスピーク207を含む範囲のスペクトルである。記憶装置53は、これらのスペクトルS1およびスペクトルS2を試料上の電子線の位置P1とともに記憶する。

次に、(10)演算部54は、スペクトルS1およびスペクトルS2を、(4)で記憶装置53に記憶させておいた補正用データを用いて、バックグラウンド補正およびゲイン補正を行う。(11)演算部54は、補正されたスペクトルS1を補正されたスペクトルS2で除算し、電子線の強度比を求める。そして、(12)演算部54は、測定領域と位置Pの強度比とを画像上に重ね合わせ、強度比によってコントラストを変えて、かつ、元素ごとに色を変えて、表示装置25に表示する。

そして、元素の変更があるまで、中央制御部55は、STEM制御部51を制御して次の測定点P2に電子線を移動させ、(7)~(12)を繰り返す。(13)操作者が元素をCuに変更すると、(7)でCuのコアロスエネルギーに対応した加速電圧を加速管19に印加し、(9)でCuに対応したウィンドウ情報を用いてスペクトルを取得し、Feの場合と同様に(7)~(12)を繰り返す。他の元素を指定した場合も、予め記憶されていたデータにしたがって(7)~(12)を繰り返すことにより、2次元元素分布像が得られる。

本実施例のマッピング装置によれば、各元素の加速電圧データやウィンドウ情報が予め記憶装置53に用意されており、制御装置50が変更された元素についても直ちに測定を行うので、操作者は、観察の途中で観察対象の元素を変更することができ、2次元元素分布像を表示装置24ですぐに確かめることができる。また、エネルギーフィルタに入射する電子線はすべて、物点10を通るので、電子分光装置11における収差歪みを小さくでき、エネルギー安定性がよい。したがって、電子線を分光して得られる電子エネルギー損失スペクトルのドリフトが小さくなり、精度のよい元素分布を得ることができる。

本実施例のマッピング装置を用いて、半導体素子を測定した例を示す。第9図は、測定元素を酸素O=>窒素N=>酸素Oと切り換えて得た2次元元素分布像である。試料は64メガDRAM(Dynamic Random Access Memory)のキャパシタ部分であり、絶縁膜にシリコン酸化膜およびシリコン窒化膜が用いられている。従来は酸素と窒素の二次元分布像をそれぞれ独立して得ることができたが、シリコン酸化膜とシリコン窒化膜の位置関係については、これらの二次元分布像からは知ることができなかった。しかし、本実施例によれば、同じ測定領域内で、酸素と窒

素の2つの分布を得ることができ、したがって、シリコン酸化膜とシリコン窒化膜の位置関係をナノメートル以下の高分解能で明確にできる。

また、本実施例では、観察の途中で観察対象の元素を変更したが、元素分布像を観察しながら観察対象の領域を変更したり、観察倍率を変更したりするようにしてもよい。これによって、元素が存在する大まかな範囲を知ることができ、視野の確認が早くできる。

分布を求める元素の変更や測定領域の変更のために、入力装置56に元素を指定する手段と測定領域を指定する手段を設けておくともよい。例えば、表示装置24に、測定が終了した領域の2次元元素分布像とともに、各種の元素を指定するボタンと測定可能な試料上の領域を表示しておく。操作者は、元素を変更する場合は求めたい元素のボタンを指定し、測定領域を変更したい場合は測定したい領域を指示する。

また、電子線の位置Pを移動しないで、測定点を固定して複数の元素についてスペクトルを測定し、元素分布を求めてもよい。この場合、測定時間は元素の種類の数だけ長くなるが、試料の測定領域を一回の走査するだけで、複数元素の二次元元素分布が得られる。

また、本実施例では、予め記憶装置53に記憶されたウィンドウ情報を(9)で利用したが、操作者が電子エネルギー損失スペクトルを表示装置25で観察して、プレウィンドウ28およびポストウィンドウ29を決定し、それをウィンドウ情報として用いてもよい。

また、本実施例では、コアロス電子線を加速するために加速管19を用いたが、試料5とフォーカス調整用レンズ16の間に、電圧印加装置などの他の加速手段を設けてもよい。

本実施例では、電子線検出器13として、マルチチャンネルプレートアレイを用いたが、各ウィンドウ幅に合わせたシンチレーション検出器

61～63を用いてもよい（第6図を参照）。この場合、3ウィンドウ法で2次元元素分布像を作成する。すなわち、シンチレーション検出器61はプレ1ウィンドウ30，シンチレーション検出器62はプレ2ウィンドウ31，シンチレーション検出器63はポストウィンドウ29に対応する。シンチレーション検出器61～63は、入射した電子線の強度を電気信号に変換して、STEM制御部51に入力する。

(9)でSTEM制御部51は、各検出器に入射した電子線強度 I_1 ， I_2 および I_3 を出力し、演算部54は、(10)でこれらの電子線強度を補正した後に、(11)で電子線強度 I_1 および I_2 をパワーローモデル($I = A \times e^{-r}$)に当てはめてバックグラウンド電子線強度32を求め、電子線強度 I_3 との差分を取ることで、定量的に元素分布を求めることができる。

また、各ウィンドウ幅に合わせたシンチレーション検出器61～63の代わりに、固定幅（例えば1mm／チャンネル）のシンチレーション検出器を配置してもよい。

また、コントラストチューニング法を行う場合も、本実施例と同様に、観察の途中で元素を変更して、プラズモンピークを測定してもよい。

産業上の利用可能性

本発明によれば、EELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得可能な装置および方法を提供できる。

請 求 の 範 囲

1. 分析対象物を透過した電子線のエネルギースペクトルおよび分析対象物における電子線の照射位置に基づいて、分析対象物に含まれる元素の分布像を作成する元素マッピング装置において、

前記分析対象物を透過した前記電子線を加速する加速器と、

前記分析対象物を透過した前記電子線のエネルギー分光を行う電子分光器と、

分光された前記電子線の強度を検出する電子線検出器と、

分析対象の元素に対応した特定のエネルギーを損失した電子線が、前記電子線検出器の定位置に入射するように前記加速管を制御し、

検出された前記電子線の強度のうち、予め定められたエネルギー範囲の電子線の強度に基づいて、分析対象の元素を検出する制御装置とを備えることを特徴とする元素マッピング装置。

2. 前記制御装置は、特定のエネルギーを損失した電子線を加速するための加速電圧の値、および分析対象の元素を検出するために用いる電子線のエネルギー範囲を予め記憶する記憶部と、

予め記憶された前記エネルギー範囲の電子線の強度を用いて、分析対象の元素を検出する演算部とを有することを特徴とする請求項1の元素マッピング装置。

3. 前記記憶部は、検出された前記電子線から前記電子線検出器固有の影響を取り除くための補正データを記憶し、

前記演算部は、前記補正データに基づいて検出された前記電子線を補正することを特徴とする請求項2の元素マッピング装置。

4. 前記電子線検出器は、電子線のエネルギーに対応した複数の電子線検出部を有し、

前記記憶部は、分析対象の元素の内殻電子エネルギー損失スペクトルのうち、コアレスエネルギーおよびコアレスピークを含むエネルギー範囲の第1のエネルギー範囲と、コアレスエネルギーよりも小さいエネルギー範囲の第2のエネルギー範囲とを予め記憶し、

前記制御装置は、記憶された前記第1のエネルギー範囲および前記第2のエネルギー範囲に基づいて、前記第1のエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した第1の電子線の強度と、前記第2のエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した第2の電子線の強度を検出し、

前記演算部は、前記第1の電子線の強度を前記第2の電子線の強度で除算し、分析対象の元素を検出することを特徴とする請求項2の元素マッピング装置。

5. 前記電子線検出器は、電子線のエネルギーに対応した複数の電子線検出部を有し、

前記記憶部は、分析対象の元素の内殻電子エネルギー損失スペクトルのうち、コアレスエネルギーおよびコアレスピークを含むエネルギー範囲の第1のエネルギー範囲と、コアレスエネルギーよりも小さい2つのエネルギー範囲の第2のエネルギー範囲および第3のエネルギー範囲とを予め記憶し、

前記制御装置は、記憶された前記第1のエネルギー範囲、前記第2のエネルギー範囲および第3のエネルギー範囲に基づいて、それぞれ前記第1のエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した第1の電子線の強度、前記第2のエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した第2の電子線の強度、および前記第3のエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した第3の電子線の強度を検出し、

前記演算部は、前記第2の電子線の強度および前記第3の電子線の強

度に基づいて、前記第 1 のエネルギー範囲のバックグラウンド強度を求め、前記第 1 のエネルギー範囲と求められた前記バックグラウンド強度との差分を求め、分析対象の元素を検出することを特徴とする請求項 2 の元素マッピング装置。

6. 前記電子線検出器は、電子線のエネルギーに対応した複数の電子線検出部を有し、

前記記憶部は、分析対象の元素の内殻電子エネルギー損失スペクトルのうち、プラズモンロスピークを含むプラズモンエネルギー範囲を記憶し、

前記制御装置は、記憶された前記プラズモンロスエネルギー範囲に基づいて、前記プラズモンエネルギー範囲に対応する電子線検出部が検出した電子線のプラズモンロス強度を検出し、

前記演算部は、検出されたプラズモンロス強度に基づいて分析対象の元素を検出することを特徴とする請求項 2 の元素マッピング装置。

7. 前記制御装置は、分析対象の第 1 の元素に対応した特定のエネルギーを損失した第 1 の電子線が、前記電子線検出器の定位置に入射するように前記加速管を制御し、

検出された前記第 1 の電子線の強度のうち、予め定められたエネルギー範囲の第 1 の電子線の強度に基づいて、前記第 1 の元素を検出し、

分析対象の第 2 の元素が外部から入力されると、

前記第 2 の元素に対応した特定のエネルギーを損失した第 2 の電子線が、前記電子線検出器の前記定位置に入射するように前記加速管を制御し、

検出された前記第 2 の電子線の強度のうち、予め定められたエネルギー範囲の第 2 の電子線の強度に基づいて、前記第 2 の元素を検出するこ

とを特徴とする請求項 1 の元素マッピング装置。

8. 請求項 1 または 8 の元素マッピング装置を備え、分析対象物に電子線を照射し、前記分析対象物を透過した電子線を前記元素マッピング装置に供給することを特徴とする走査透過型電子顕微鏡。

9. 分析対象物を透過した電子線のエネルギースペクトルおよび分析対象物における電子線の照射位置に基づいて、分析対象物に含まれる元素の分布像を作成する元素マッピング方法において、

分析対象物に電子線を照射するステップと、

前記分析対象物を透過した前記電子線を加速するステップと、

前記分析対象物を透過した電子線をエネルギー分光するステップと、

分光された前記電子線の強度を電子線検出器で検出するステップと、

検出された前記電子線の強度に基づいて、分析対象の元素を検出するステップと、

前記分析対象物に照射する電子線の位置を移動するステップとを含み、

前記加速するステップは、分析対象の元素に対応した特定のエネルギーを損失した電子線が、前記電子線検出器の定位置に入射するように加速するステップを含み、

前記元素を検出するステップは、検出された前記電子線の強度のうち、予め定められたエネルギー範囲の電子線の強度に基づいて、分析対象の元素を検出するステップを含むことを特徴とする元素マッピング方法。

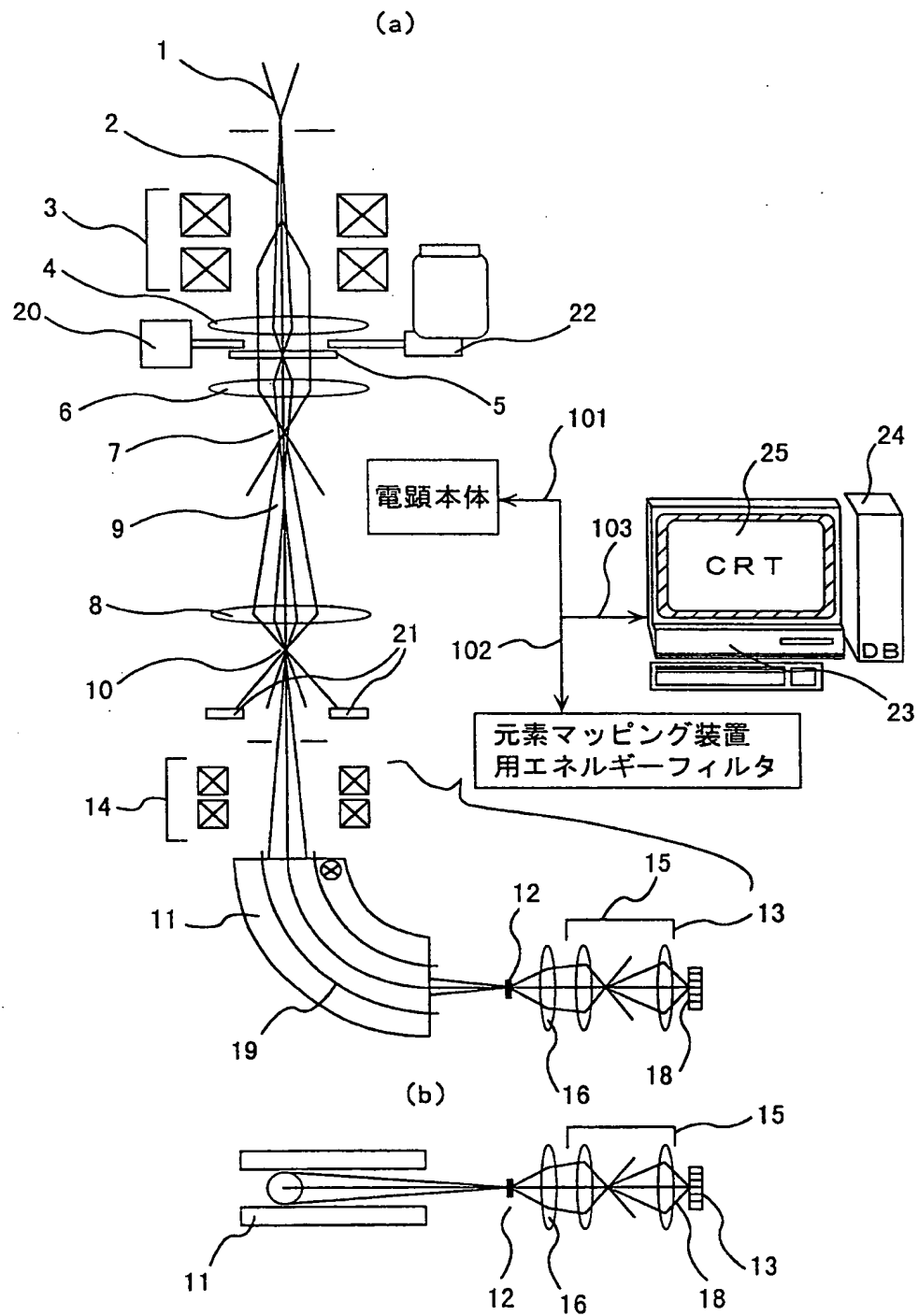
10. 分析対象の元素を他の元素に変更するステップ、

前記他の元素に対応した特定のエネルギーを損失した電子線が、前記電子線検出器の前記定位置に入射するように加速するステップ、および、

前記他の元素に対応した特定のエネルギーを損失した前記電子線が前記電子線検出器に入射して検出された強度のうち、前記他の元素に対応

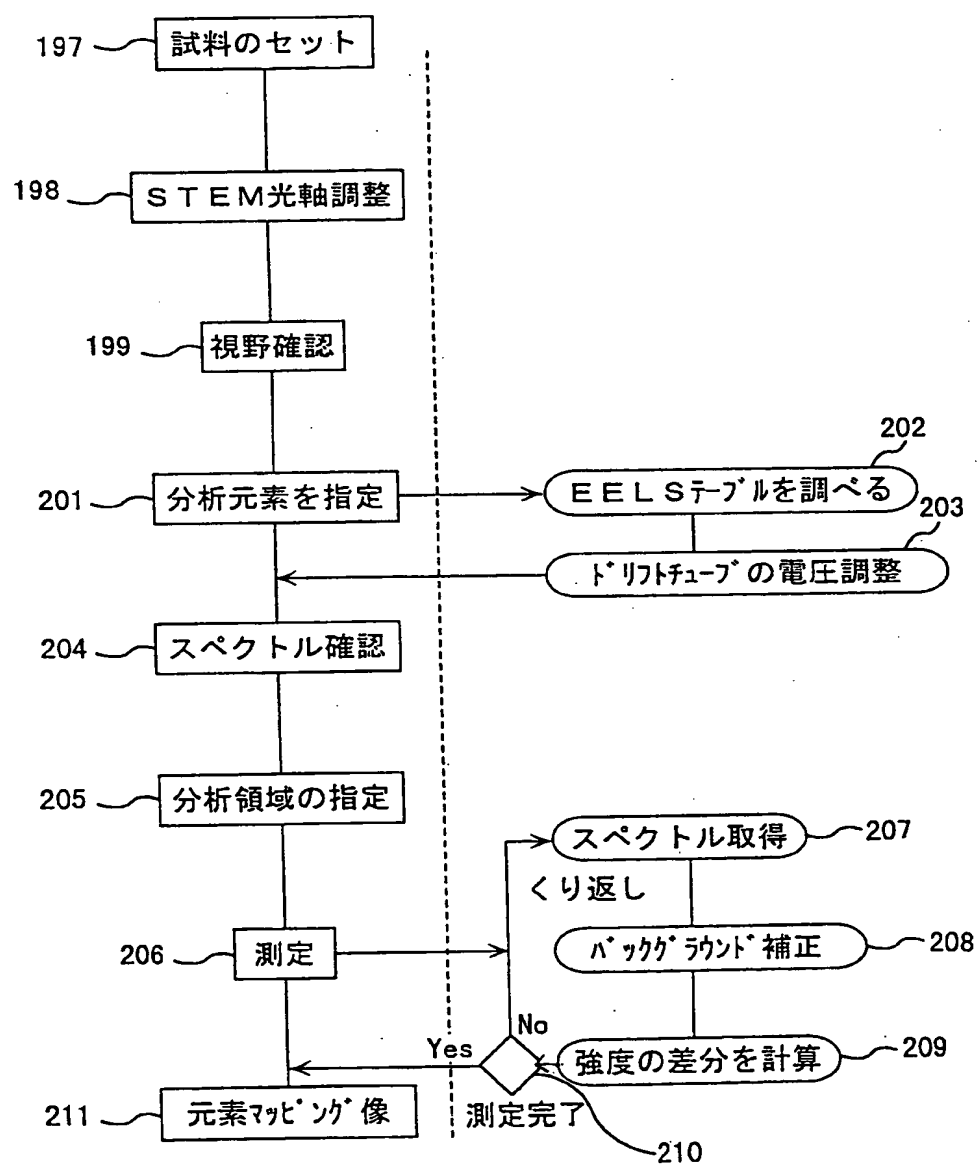
して予め定められたエネルギー範囲の電子線の強度に基づいて、前記他の元素を検出するステップを含むことを特徴とする請求項 9 の元素マッピング方法。

第 1 図



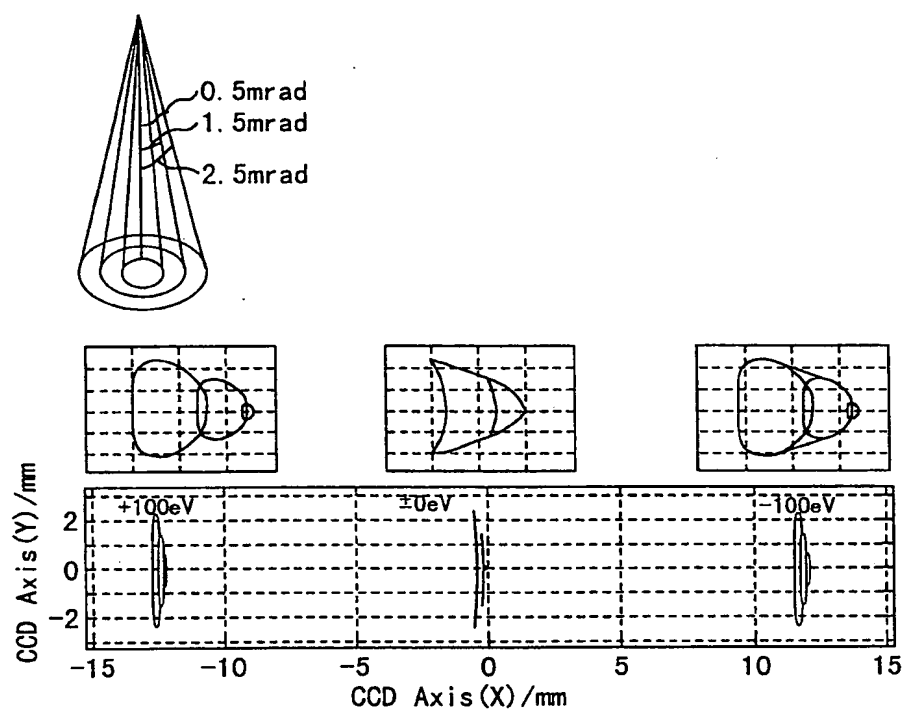
2 / 9

第2図

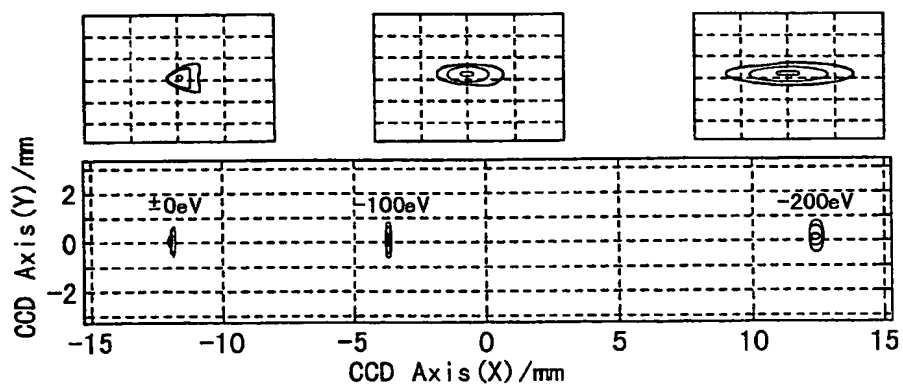


第3図

(a)

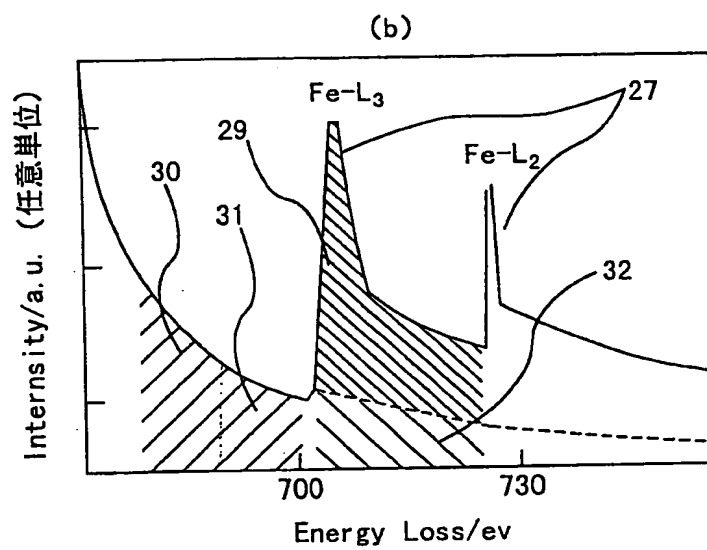
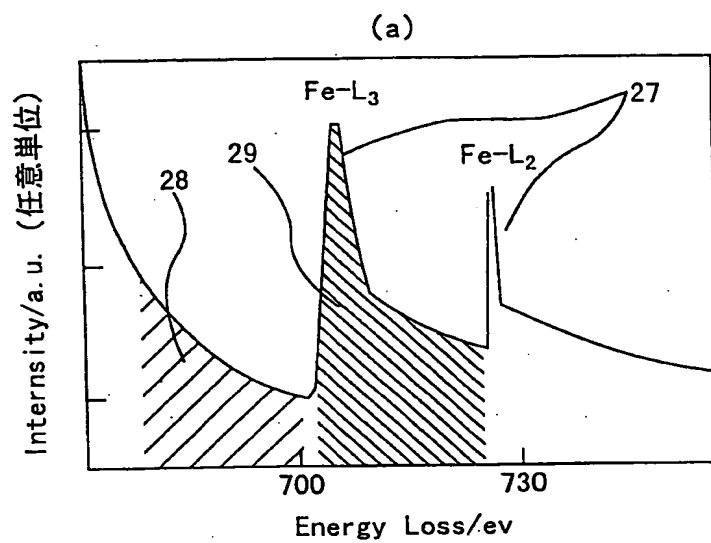


(b)

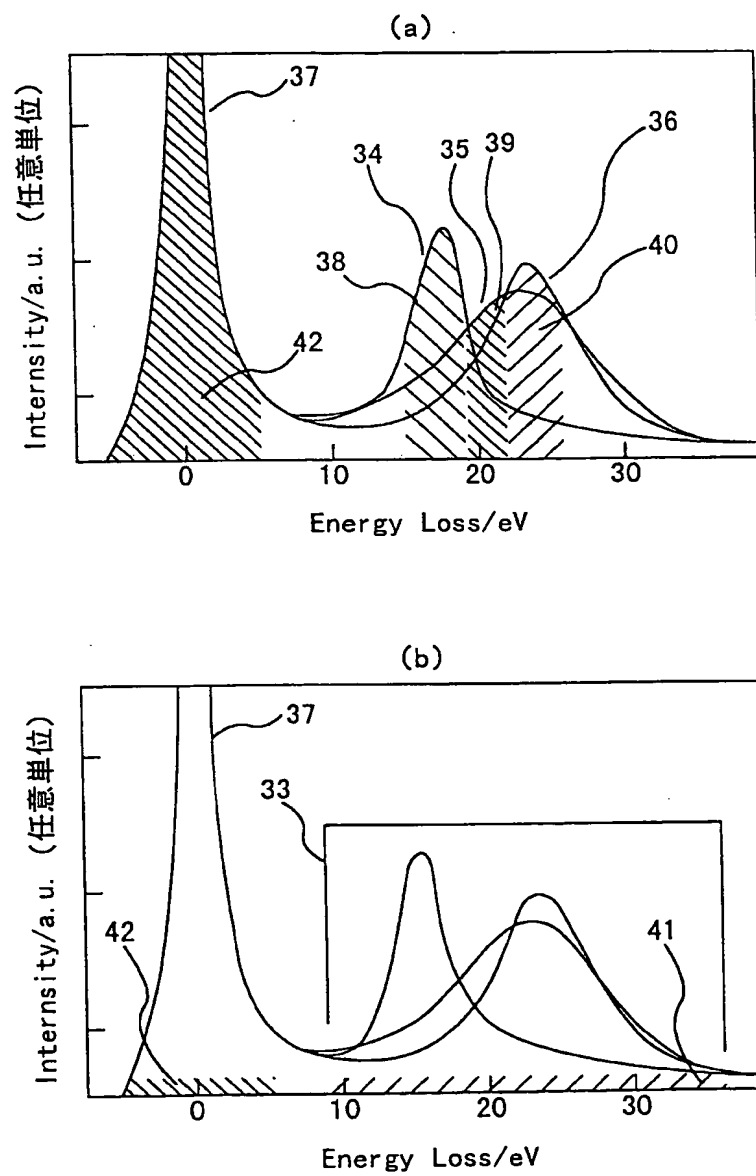


4 / 9

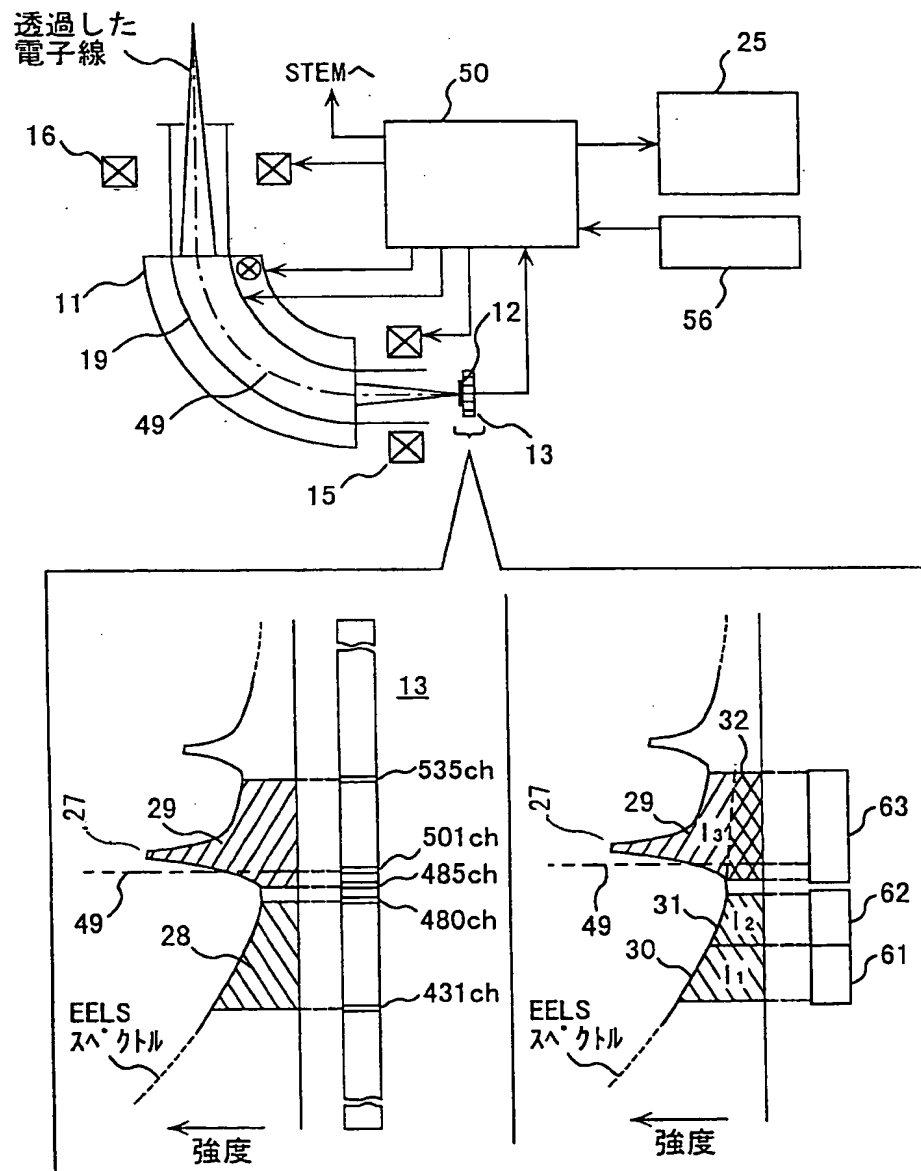
第4図



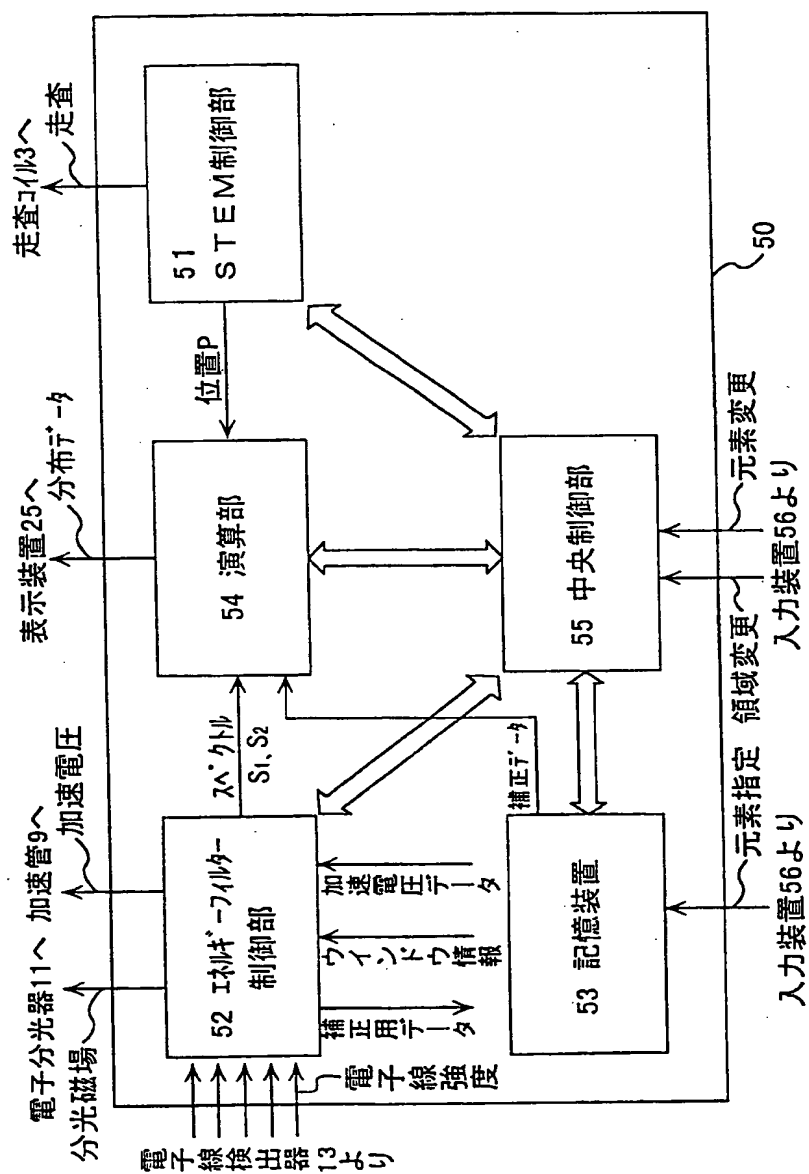
第 5 図



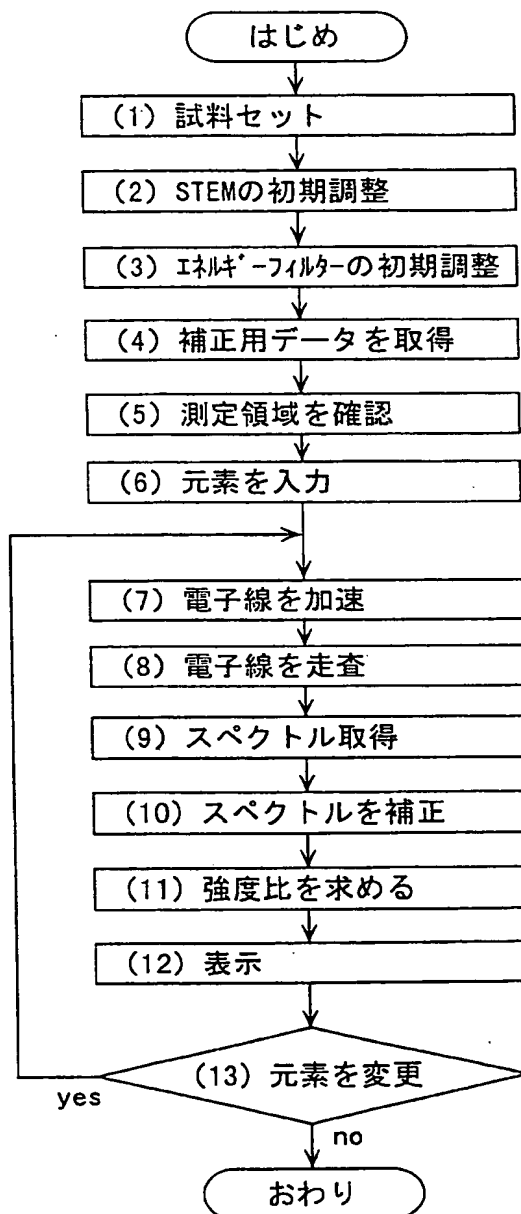
第6図



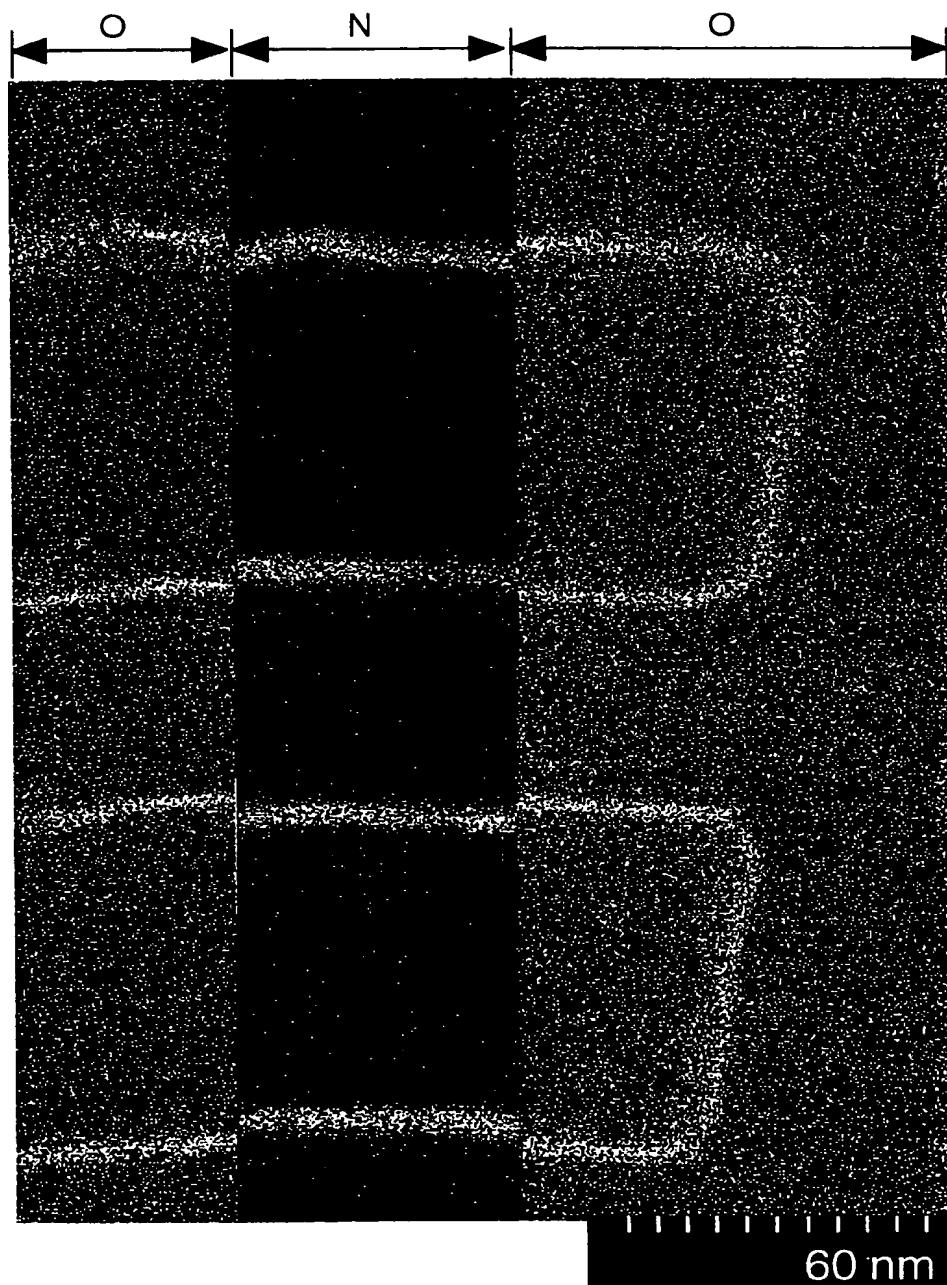
第7図



第 8 図



第 9 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06418

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ H01J37/256, 37/22, 37/244, 37/28, 49/44
G01N23/225

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ H01J37/256, 37/22, 37/244, 37/28, 49/44

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	JP, 11-67138, A (Hitachi, Ltd.), 09 March, 1999 (09.03.99), Full text; Figs. 1 to 5 (Family: none)	1-10
A	US, 4480220, A (Hitachi Ltd.), 30 October, 1984 (30.10.84), Full text; Figs. 1-7B & JP, 57-80649, A & NL, 8105041, A	1-10
A	JP, 6-310076, A (Hitachi, Ltd.), 04 November, 1994 (04.11.94), Par. Nos. [0017]-[0019]; Fig. 4 (Family: none)	1-10
A	JP, 6-310063, A (Hitachi, Ltd.) 4.11月.1994(04.11.94) Full text; Figs. 1 to 5 (Family: none)	1-10
A	JP, 10-213538, A (Hitachi, Ltd.), 11 August, 1998 (11.08.98), Full text; Figs. 1 to 4 (Family: none)	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
15 February, 2000 (15.02.00)

Date of mailing of the international search report
29 February, 2000 (29.02.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06418

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 62-37857, A 18February, 1987 (18.02.87), Full text; Figs. 1-5 (Family: none)	1-10

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 99/06418

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01J37/256, 37/22, 37/244, 37/28, 49/44
G01N23/225

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01J37/256, 37/22, 37/244, 37/28, 49/44

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2000年
日本国登録実用新案公報 1994-2000年
日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P, A	J P, 11-67138, A (株式会社日立製作所) 9. 3月. 1999 (09. 03. 99) 全文, 第1-5図 (ファミリーなし)	1-10
A	US, 4480220, A (Hitachi Ltd.) 30. 10月. 1984 (30. 10. 84) 全文, 第1-7B図 & J P, 57-80649, A & NL, 8105041, A	1-10
A	J P, 6-310076, A (株式会社日立製作所) 4. 11月. 1994 (04. 11. 94) 段落番号【0017】-【0019】, 第4図 (ファミリーなし)	1-10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 02. 00

国際調査報告の発送日

29.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

堀部 修平

印

2G

9215

電話番号 03-3581-1101 内線 3225

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 6-310063, A (株式会社日立製作所) 4. 11月. 1994 (04. 11. 94) 全文, 第1-5図 (ファミリーなし)	1-10
A	JP, 10-213538, A (株式会社日立製作所) 11. 8月. 1998 (11. 08. 98) 全文, 第1-4図 (ファミリーなし)	1-10
A	JP, 62-37857, A 18. 2月. 1987 (18. 02. 87) 全文, 第1-5図 (ファミリーなし)	1-10